

Rod PCTWFO 27 MAY 2005



This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Intellectual
Property Office.

출 원 번 호 : 특허출원 2003년 제 0070378 호
Application Number 10-2003-0070378

출 원 년 월 일 : 2003년 10월 09일
Date of Application OCT 09, 2003

출 원 인 : 제일모직주식회사
Applicant(s) CHEIL INDUSTRIES INC.

2004 년 10 월 25 일

특 허 청
COMMISSIONER



【서지사항】

{류명} 특허출원서
 {권리구분} 특허
 {신청지} 특허청장
 {출원일자} 2003.10.09
 {발명의 명칭} 덴드론 구조의 측쇄를 가지는 디아민 화합물 및 이를 이
 용하여 제조된 액정 배향재
 {발명의 영문명칭} Diamine Compound having Side Chain in Dendron
 Structure and LC Alignment Material Prepared by the
 Same
 {출원인} 제일모직 주식회사
 {명칭} 제일모직 주식회사
 {출원인 코드} 1-1998-003453-2
 {대리인} 김학제
 {성명} 김학제
 {대리인 코드} 9-1998-000041-0
 {포괄위임등록번호} 2001-023814-0
 {대리인} 문혜정
 {성명} 문혜정
 {대리인 코드} 9-1998-000192-1
 {포괄위임등록번호} 2001-023815-7
 {발명자} 오재민
 {성명의 국문표기} OH, Jae Min
 {성명의 영문표기} OH, Jae Min
 {주민등록번호} 661020-1798027
 {우편번호} 440-841
 {주소} 경기도 수원시 장안구 정자동 872-1 풍림 아파트
 418-1801
 {국적} KR
 {발명자} 이범진
 {성명의 국문표기} 이범진
 {성명의 영문표기} LEE, Bum Jin
 {주민등록번호} 720308-1380711

【우편번호】 463-010
 【주소】 경기도 성남시 분당구 용매동 73-3번지 101호
 【국적】 KR
 【성명자】 츠다 유스케
 【성명의 국문표기】 TSUDA, Yusuke
 【성명의 영문표기】
 【주소】 일본국 후쿠오카 830-8555, 구루메 시티, 1-1-1 코모리노
 노 마치구루메 내셔널 칼리지 오브 테크놀로지
 【주소의 영문표기】 Kurume National College of Technology, 1-1-1 Komorino
 -machi, Kurume City, Fukuoka 830-8555, JAPAN
 【국적】 JP
 【특지】 특허법 제42조의 규정에 의하여 위와 같이 출원합니다.
 대리인
 김학제 (인) 대리인
 문혜정 (인)
 수수료
 【기본출원료】 20 면 29,000 원
 【가산출원료】 7 면 7,000 원
 【우선권주장료】 0 건 0 원
 【심사청구료】 0 항 0 원
 【합계】 36,000 원
 첨부서류 1. 요약서·명세서(도면)_1봉

【요약서】



요약

본 발명은 덴드론 구조의 측쇄를 가지는 디아민 화합물 및 이를 이용하여 제조
액정 배향제에 관한 것으로, 보다 상세하게는 덴드론 구조의 측쇄를 가지는 신규
디아민 화합물을 제공하고, 이를 이용하여 폴리아믹산을 제조하는 것에 의해 선경
각의 조절이 용이하고, 우수한 배향특성을 나타내며, 특히 우수한 내화확성을 가짐
로써 LCD 패널 제조공정 중의 세정용제에 대한 내화확성이 있어서 세정 후 액정의
확성이 저하되지 않는 장점을 나타내는 액정 배향제를 제공할 수 있다.

표도

도 1

어

배향막, 폴리아믹산, 폴리아미드, 덴드론 (dendron), 선경사각, 배향특성, 수직배

발명의 명칭]

덴드론 구조의 측쇄를 가지는 디아민 화합물 및 이를 이용하여 제조된 액정 배향

[Diamine Compound having Side Chain in Dendron Structure and LC Alignment

erial Prepared by the Same]

2면의 간단한 설명]

도 1은 제조예에서 제조된 디아민 화합물의 ¹H-NMR 스펙트럼; 및

도 2는 제조예에서 제조된 디아민 화합물의 DSC 데이터이다.

발명의 상세한 설명]

발명의 목적]

발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술]

본 발명은 덴드론(dendron) 구조의 측쇄를 가지는 디아민 화합물 및 이를 이용하여 제조된 액정 배향재에 관한 것으로, 보다 상세하게는 덴드론 구조의 측쇄를 디아민 화합물에 도입하는 것에 의해 선경사각의 조절이 용이하고, 액정 배향성이 우수하면서도, 세정공정에서의 내화학적성이 우수한 액정배향재를 제공하는 기술에 대한 것이다.

일반적으로 기존에 사용되고 있는 액정 배향막용 폴리이미드 수지는 방향족 산 무수물로써 피로멜리트산이무수물(PMDA), 비프탈산이무수물(BPDA) 등을 사용하고,

방향족 디아민성분으로는 파라페닐렌디아민 (p-PDA), 메타페닐렌디아민 (m-PDA), 4,4'-디페닐디아닐린 (MDA), 2,2-비스아미노 페닐헥사플루오로프로판 (HFDA), 페타비스아미노페녹시디페닐설펜 (m-BAPS), 파라비스아미노페녹시디페닐설펜 (p-BAPS), 4,4-비스아노페녹시페닐프로판 (BAPP), 4,4-비스아미노페녹시페닐헥사플루오로프로판 (HF-BAPP)을 사용하여 이들 단량체를 축중합하여 제조하고 있다.

그러나 상기와 같이 방향족 산이무수물 및 디아민 만을 사용할 경우 열안정성, 약품성, 기계적 성질 등은 우수한 반면 전하이동착제(charge transfer complex)에 해 투명성 및 용해성이 저하되고, 또한 전기 광학 특성이 저하되는 문제점이 있다. 이를 해결하기 위해 지방족 고리형 산이무수물 단량체 혹은 지방족 고리형 디아민을 입하여 상기 문제를 개선하려는 시도가 있었고(일본 특허공개 11-84391), 액정의 경사각 증가와 안정성을 위하여 축쇄를 갖는 기능성 디아민 또는 축쇄를 갖는 기능 산이무수물 등이 도입되고 있다(일본 특허공개06-136122). 또한 액정을 표면으로 더 수직하게 배향하여 LCD패널을 구성하는 수직배향모드(VA mode)로 적용할 수 있 수직배향형 배향막의 개발도 이루어지고 있다(미국 특허 제5,420,233호).

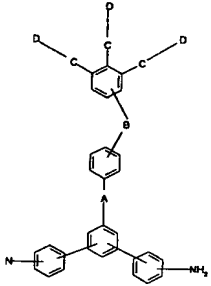
그러나 최근 액정 표시소자 시장의 성장에 따라 고품질의 표시소자에 대한 요구 지속적으로 높아지고 있고, 액정 표시소자 생산사에서는 대면적화가 급속히 진행면서 생산성이 높은 배향막에 대한 요구가 커지고 있다. 따라서 LCD생산공정에서 양률이 적으며 전기광학 특성이 우수하고 신뢰성이 높고 다양하게 개발되어지고 있 액정표시 소자의 서로 다른 요구 특성을 만족시키기에 충분한 고성능의 액정배향에 대한 요구가 계속해서 이루어지고 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제]

본 발명은 상기와 같은 종래 기술의 문제점을 해결하기 위한 것으로, 덴드론 구조가 축쇄로 도입된 기능성 다이민을 사용하여 액정배향제를 제조하는 경우, 선경사의 조절이 용이하고, 액정 배향성이 우수하면서도, 세정공정에 대한 내화학성이 우수한 액정배향제를 제공할 수 있음을 알게 되어 본 발명을 완성하였다.

즉, 본 발명은 하기 화학식 1로 표시되는 다이민 화합물에 관한 것이다.

[화학식 1]



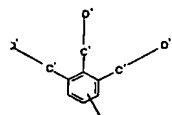
상기 식에서 A는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH- 또는 -OCO-이고,

B는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

C는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH- 또는 -OCO-이고.

D는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기, 또는 하기 화학식 2로 표시되는 작용기로서, 상기 D에는 1 이상의 할로젠 원자가 치환될 수 있다.

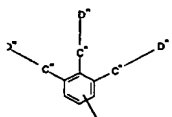
화학식 2]



상기 식에서 C'는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

D'는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기, 또는 하기 화학식 3으로 표시되는 작용기이다.

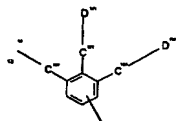
화학식 3]



상기 식에서 C''는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

D''는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기, 또는 하기 화학식 4으로 표시되는 작용기이다.

화학식 4]



상기 식에서 C'''는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

D'''는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기다.

본 발명의 다른 측면은 상기 디아민 화합물, 지방족 고리형 산이무수물 및 방향 고리형 산이무수물과 여기에 방향족 고리형 디아민 및/또는 실록산계 디아민을 선택적으로 포함시켜 공중합하여 제조된 폴리아믹산에 관한 것이다.

본 발명의 또 다른 측면은 상기 폴리아믹산을 부분 또는 전체적으로 이미드화시 제조된 가용성 폴리이미드에 관한 것이다.

본 발명의 또 다른 측면은 상기 폴리아믹산과 가용성 폴리이미드의 혼합물에 관한 것이다.

본 발명의 또 다른 측면은 상기 폴리아믹산, 가용성 폴리이미드 또는 이들의 혼합물을 용매에 용해시켜 코팅하고, 이를 전체 또는 부분적으로 이미드화시켜 얻어진 경 배향막에 관한 것이다.

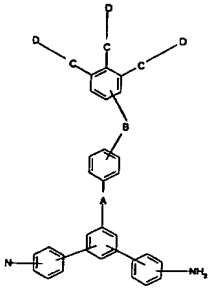
본 발명의 또 다른 측면은 상기 액정 배향막을 포함하는 액정 표시 소자에 관한 것이다.

발명의 구성 및 작용]

- 이하에서 본 발명을 보다 상세하게 설명한다.

본 발명에서 새롭게 제공되는 기능성 디아민은 하기 화학식 1로 표시된다.

화학식 1]



상기 식에서 A는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH- 또는 -OCO-이고,

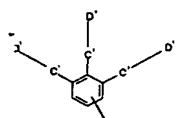
B는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

C는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH- 또는 -OCO-이고,

D는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기, 또

하기 화학식 2로 표시되는 작용기로서, 상기 D에는 1 이상의 할로젠 원자가 치환
수 있다.

화학식 2]

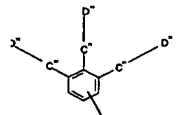


상기 식에서 C'는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

D'는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기,

는 하기 화학식 3으로 표시되는 작용기이다.

화학식 3]

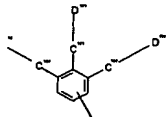


상기 식에서 C''는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

D''는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기,

는 하기 화학식 4으로 표시되는 작용기이다.

화학식 4]

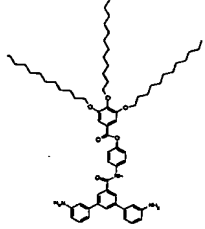


상기 식에서 C'''는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

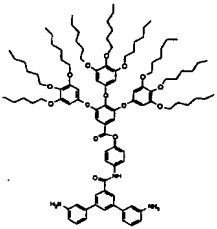
D'''는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 알킬지형 또는 고리형 알킬기이다.

상기 기능성 디아민 화합물의 구체적인 예를 하기 화학식 5 와 6에 제시하였으
 . 이는 단지 예시적인 목적일뿐 본 발명의 기능성 디아민의 구조가 하기의 화학구
 식에 한정되는 것은 아니다.

화학식 5]



화학식 6]



본 발명에 의한 기능성 디아민 단량체의 경우, 디스플레이에서 역할을 하는 벤젠 고리의 기능이 존재하므로 입체 장애에 의한 디아민의 반응성 저하가 최소화될 수 있으며, 축쇄 방향으로의 액정배향을 도울 수 있고, 내화특성이 향상되어 세정공정 대한 내성 증대에 큰 효과를 얻을 수 있다. 또한 축쇄에 덴드론 구조로 알킬기들을 시에 다수 도입할 수 있으므로, 적은 함량으로도 선경사각 증대에 큰 효과를 가져올 수 있다. 이러한 특성은 선경사각의 안정성에 좋은 효과를 나타내며, 액정을 표면으로부터 수직하게 배향시키는 방법에 매우 좋은 영향을 미친다.

본 발명에 의한 폴리아믹산은 상기에서 제시된 덴드론 구조의 축쇄를 갖는 특정 구조의 기능성 디아민, 지방족 고리형 산이무수물 및 방향족 고리형 산이무수물과 함께 방향족 고리형 디아민 및/또는 실록산계 디아민을 선택적으로 포함하여 이루어진다.

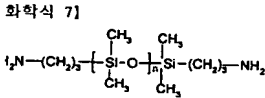
산이무수물 및 디아민 화합물을 공중합하여 폴리아믹산을 제조하는 방법은 종래 폴리아믹산의 공중합에 가능한 것으로 알려진 방법은 제한되지 않고 적용될 수 있다.

본 발명의 폴리아믹산에는 상기 기능성 디아민이 포함됨으로써, 선경사각의 조정이 용이해지고, 우수한 배향성을 나타내게 된다. 기능성 디아민의 함량에 따라 선경사각이 조절되므로, 액정 디스플레이의 모드에 따라서는 방향족 고리형 디아민 또는 실록산계 디아민이 전혀 포함되지 않고 기능성 디아민만을 사용하여 폴리아믹산을 제조하여 액정 배향막으로 사용하는 것도 가능하다. 즉 방향족 디아민 또는 실록산 디아민의 사용은 선택적이다. 따라서 폴리아믹산 중 화학식 1로 표시되는 기능성

아민의 함량은 전체 디아민 단량체 중 0.1~100몰% 차지하게는 0.5~30 몰%, 보다 바람직하게는 1~20 몰%를 차지한다.

본 발명의 폴리아믹산 제조시 사용되는 방향족 고리형 디아민으로는 파라페닐렌 아민 (p-PDA), 4,4'-메틸렌디아닐린 (MDA), 4,4'-옥시디아닐린 (ODA), 메타비스아미노페시디페닐설펜 (m-BAPS), 파라비스아미노페시디페닐설펜 (p-BAPS), 2,2-비스아미노옥시페닐프로판 (BAPP), 2,2-비스아미노페시페닐헥사플루오로프로판 (HF-BAPP) 등 있으나, 이에 한정되는 것은 아니다.

본 발명의 폴리아믹산 제조시 사용되는 실록산계 디아민은 하기 화학식 7과 같은 구조를 가진다.



상기 식에서 n은 1~10의 정수이다.

상기 방향족 고리형 디아민 및/또는 실록산계 디아민의 사용량은 전체 디아민 량 대비 0~99.9몰%, 바람직하게는 70~99.5 몰%, 더욱 바람직하게는 80~99몰%이

본 발명의 폴리아믹산 제조시 사용되는 방향족 고리형 산이무수물은 0.1μm 내외 도포된 배향막이 액정의 한방향 배향성을 유도하기 위하여 적용되는 러빙 공정에 될 수 있고, 200℃ 이상의 고온 가공공정에 대한 내열성을 유지하며, 우수한 내약 성이 발현될 수 있도록 한다.

이러한 방향족 고리형 산이무수물로는 피로멜 무수물 (PMDA), 비프탈산이 무수물 (BPDA), 옥시디프탈산이무수물 (ODPA), 벤조페논테트라카르복시산이무수물 (TDA), 헥사플루오로이소프로필리덴디프탈산이무수물 (6-FDA) 등이 있으나, 이에 한 되는 것은 아니다.

상기 방향족 고리형 산이무수물의 함량은 사용되는 산이무수물의 전체 함량 대 10~95 몰%, 더욱 바람직하게는 50~90 몰%이다. 만일 방향족 고리형 산이무수물 10 몰% 미만일 경우에는 배향막의 기계적 특성 및 내열성 등이 낮아지게 되고, 80 % 초과일 경우에는 전압보전율과 같은 전기적 특성이 저하되게 된다.

본 발명의 폴리이미드 제조시 사용되는 지방족 고리형 산이무수물은 일반 유기 매에 대한 불용성, 전하이동착제 (Charge transfer complex)에 의한 가시광선영역에 의 낮은 투과성, 분자 구조적으로 높은 극성에 의한 전기광학 특성 저하 등의 문제를 보완한다.

상기 지방족 고리형 산이무수물로는 5-(2,5-디옥소테트라히드로퓨릴)-3-메틸시 로헥센-1,2-디카르복실산무수물 (BOCDA), 바이시클로옥텐-2,3,5,6-테트라카르복실산 무수물 (BODA), 1,2,3,4-시클로부탄테트라카르복실산이무수물 (CBDA), 1,2,3,4-시클 펜탄테트라카르복실산이무수물 (CPDA), 1,2,4,5-시클로헥산테트라카르복실산이무수 (CHDA) 등이 있으나 이에 한정되는 것은 아니다.

그 함량은 사용되는 전체 산이무수물 함량 대비 5~90 몰%이며, 바람직하게는 ~50 몰%이다.

본 발명에 의한 폴리아믹산은 일반적으로 사용된 N-메틸-2-피롤리돈 (NMP), 감마-부티로락톤 (GBL), 디메틸포름아미드 (DMF), 디메틸아세트아미드 (DMAc), 테트라하이드로퓨란 (THF) 등과 같은 비양자성 극성용매에 매우 양호한 용해성을 보인다. 이처럼 높은 용해성은 지방족 고리형 산이무수물의 도입과 분자 구조적인 측면에서 3개의 젠고리가 커다란 입체적 반발력을 가지고 3차원적으로 존재하는 상기 기능성 디아민의 효과가 큰 것으로 사료된다. 최근에 액정표시소자의 대형화, 고해상도화 및 고질화에 의해 배향제의 인쇄성이 매우 중요하게 대두되고 있는 상황에서 이와 같은 매에 대한 우수한 용해성은 액정 배향막으로 적용시, 기질에 대한 인쇄성에 좋은 향을 미치게 된다.

본 발명의 폴리아믹산은 수평균분자량이 10,000 내지 500,000 g/mol 범위이며, 이미드화가 진행되었을 경우 이미드화를 혹은 구조에 따라 유리전이도는 200 내지 300°C의 범위를 가진다.

본 발명에서는 상기 폴리아믹산을 용매에 용해시켜 기판에 도포한 후 이를 전체적으로 부분적으로 이미드화시켜 액정 배향막을 제공한다.

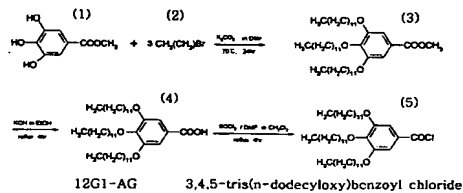
본 발명에서는 또한 상기 폴리아믹산을 부분 또는 전체적으로 이미드화시켜, 가용성 폴리아미드의 형태로 제조한 후 이를 단독으로 사용하여 액정 배향막을 사용하거나, 상기 폴리아믹산과 가용성 폴리아미드를 혼합하여 액정 배향막을 제조할 수 있다.

상기 배향막은 빛 투과도에 있어서는 가시광선 영역에서 90% 이상의 높은 투과율을 보이며, 액정의 배향성이 우수하고, 선경사각이 1 내지 90°의 범위내에서 용이하게 조정 가능하다. 또한 상기 기능성 디아민이 포함됨으로써 고분자의 굴절률이 저되고, 유전율이 낮아지는 효과도 가져올 수 있다.

이하에서 본 발명을 실시예를 통하여 보다 상세하게 설명하고자 하나, 하기의 실시예는 설명의 목적을 위한 것으로 본 발명을 제한하고자 하는 것은 아니다.

조제

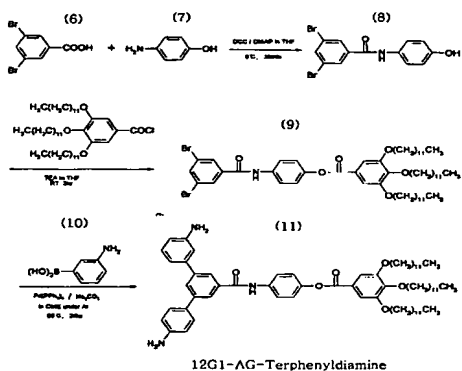
1) 3,4,5-트리스(n-도데실옥시)벤조일 클로라이드의 제조



냉각기가 장착된 둥근 플라스크를 준비하고 1mol의 (1)을 DMF에 녹인 후, 포타카보네이트 3.9mol을 첨가한 다음 교반을 실시하였다. 용액을 충분히 교반한 후 1mol의 (2)를 첨가 하고, 반응기의 온도를 70℃까지 천천히 승온하였다. 승온이 완료된 후 24시간 동안 온도를 유지하며 반응을 진행하였다. 반응이 완료되면 온도를 온으로 강화하고 충분한 순수에 반응한 용액을 침전시키고 이를 여과한 후 여러차

의 세정과정을 거쳐 깨끗한 생성물 (3)을 획득하였다. 이렇게 획득된 생성물을 다
 *에탄올에 넣고 충분히 녹인 후, 수산화칼륨을 넣고 4시간 동안 환류를 실시하여
)의 산 유도체를 수득하였다. (4)의 산유도체를 아실레이션(Acylation) 하기 위해
 오닐클로라이드(Thionyl chloride)를 이용하여 4시간 동안 환류반응을 실시함으로
 촉매로 이용될 3,4,4-트리스도데실옥시벤조일 클로라이드 (5)를 제조하였다.

12G1-AG-테페닐디아민의 제조



충분히 건조된 둥근 플라스크에 디브로모벤조익산 (6) 1mol을 넣고 THF를 투입하
 용해시켰다. 상기의 용액에 DCC와 DMAP를 넣고 반응기의 온도를 0℃로
 각하였다. 냉각된 용액에 아미노페놀 1.1mol을 천천히 첨가하며 30분 동안 반응을

행하였다. 이렇게 얻어진 (8)의 중간생성물을 다시 용해하고 TEA를 촉매로써 첨가하였다. 상기에서 제조된 (5)의 중간체를 위 용액에 첨가한 후 (9)의 중간체를 조하기 위해 상온에서 3시간 동안 반응을 진행하였다. 다음으로, 충분히 세척되고 조된 둥근 플라스크에 진공을 이용하여 반응기 내부의 수분 및 산소 등의 기체를 거하고 불활성 기체인 아르곤 (Ar) 기체를 충전하였다. 여기에 (9)의 중간체를 넣고 E를 이용하여 용해한 후 촉매로써 팔라듐포스페이트와 소듐카보네이트를 넣고 2.2 몰의 아미노보로닉산 (10)을 첨가하여 균일하게 용해하였다. 균일하게 용해된 반응의 온도를 80℃로 승온하고, 온도를 유지하며 24시간 동안 반응을 진행하였다. 반응이 완료된 후 칼럼크로마토그래프 분리와 재결정을 실시하여 고순도화를 수행함으로써 깨끗한 최종 생성물인 12G1-AG-터페닐디아민을 수득하였다.

이렇게 얻어진 최종생성물의 구조를 ¹H-NMR을 이용하여 분석하였고, 열적특성은 SC를 이용하여 알아보았으며 그 결과를 각각 도 1과 도 2에 나타내었다.

시예 1

교반기, 온도조절장치, 질소가스주입 장치 및 냉각기가 장착된 4구 플라스크에 소를 통과시키면서 4,4'-메틸렌디아닐린 0.99 mol과 12G1-AG-터페닐디아민 (덴드론 아민, 화학식 5) 0.01 mol을 넣고, N-메틸-2-피롤리돈 (NMP)을 넣어 용해시켰다. 고 상태의 5-(2,5-디옥소테트라히드로퓨릴)-3-메틸시클로헥산-1,2-디카르복실산무수물 (DOCDA) 0.5 mol과 피로멜리트산이무수물 (PMDA) 0.5 mol을 넣고 격렬하게 교반하였

. 이때의 고형분 함량은 질량비로 15 중량%이며, 25℃ 미만으로 유지하면서 4시간 동안 반응을 수행하여 폴리아믹산 용액을 제조하였다.

상기의 방법으로 제조된 배향막 용액은 내화특성을 관찰하기 위해 10cm×10cm 크기의 ITO 유리에 0.1μm 두께로 스핀 코팅하고 70℃와 210℃에서 경화 과정을 거친 후 러빙 공정을 거친 배향막의 표면을 이소프로필 알코올과 순수를 이용하여 충분히 세정한 다음 어셈블하여 테스트용 LCD 셀을 제작하고, 이렇게 제작된 셀에 1~2V의 전압을 인가하여 구동을 시키면서 세정용제에 의한 얼룩의 생성 유무를 관찰하여 아래 표 1에 결과를 나타내었다.

러빙에 의한 액정의 배향성 및 선경사각을 측정하기 위하여 0.1μm 두께로 ITO 유리판에 상기 폴리아믹산 용액을 도포하고 210℃의 온도에서 경화시켰다. 이 과정에서 배향막의 인쇄성을 판단하기 위해 ITO 유리 기판에 배향막을 도포한 후 육안과 현미경을 통하여 퍼짐특성과 끝단 말림특성을 관찰하여 인쇄성을 평가하였다. 편 배향막 표면을 러빙기를 이용하여 러빙하고 2개의 기판을 러빙 방향이 서로 반대 방향으로 평행하도록 한 후, 50μm의 셀 갭을 유지할 수 있도록 셀을 접합하였다. 위의 방법으로 만들어진 액정 셀에 액정을 채우고 배향성을 직교 편광된 광학 현미경으로 관찰한 후, 결정회절법 (Crystal rotation method)을 이용, 선경사각을 측정하여 아래의 표 1에 나타내었다.

시예 2

4.

4.4-메틸렌디아닐린을 0.98 mol 사용하고, 12G1-AG-터페닐디아민 0.02 mol 사용
것을 제외하고는 상기의 실시예 1과 동일하게 수행하여 폴리아믹산 용액을 수득하
다. 또한, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 액정의 배향성, 선경사각, 내화학적
을 관찰하여 이를 하기 표 1에 나타내었다.

시예 3

4.4-메틸렌디아닐린을 0.95 mol 사용하고, 12G1-AG-터페닐디아민 0.05 mol 사용
것을 제외하고는 상기의 실시예 1과 동일하게 수행하여 폴리아믹산 용액을 수득하
다. 또한, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 액정의 배향성, 선경사각, 내화학적
을 관찰하여 이를 하기 표 1에 나타내었다.

시예 4

4.4-메틸렌디아닐린을 0.92 mol 사용하고, 12G1-AG-터페닐디아민 0.08 mol 사용
것을 제외하고는 상기의 실시예 1과 동일하게 수행하여 폴리아믹산 용액을 수득하
다. 또한, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 액정의 배향성, 선경사각, 내화학적
을 관찰하여 이를 하기 표 1에 나타내었다.

시예 5

4.4-메틸렌디아닐린을 0.85 mol 사용하고, 12G1-AG-터페닐디아민 0.15 mol 사용
것을 제외하고는 상기의 실시예 1과 동일하게 수행하여 폴리아믹산 용액을 수득하

다. 또한, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 액정의 배향성, 선경사각, 내화학적
성을 관찰하여 이를 하기 표 1에 나타내었다.

교예 1

4,4'-페틸렌디아닐린을 0.9 mol 사용하고, 2,4-디아미노페녹시벤조산 0.1 mol
용한 것을 제외하고는 상기의 실시예 1과 동일하게 수행하여 폴리아믹산 용액을 수
하였다. 또한, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 액정의 배향성, 선경사각, 내화학
등을 관찰하여 이를 하기 표 1에 나타내었다.

교예 2

4,4'-페틸렌디아닐린을 0.85 mol 사용하고, 2,4-디아미노페녹시벤조산 0.15
mol 사용한 것을 제외하고는 상기의 실시예 1과 동일하게 수행하여 폴리아믹산 용액
수득하였다. 또한, 상기 실시예 1과 동일한 방법으로 액정의 배향성, 선경사각,
화학적 등을 관찰하여 이를 하기 표 1에 나타내었다.

표 1]

시료	선경사각 (°)	만화성	주직배향성	내화학적
실시예 1	3.6	양호	무	양호
실시예 2	7.1	양호	무	양호
실시예 3	79.0	양호	미약	양호
실시예 4	89미량	양호	양호	양호
실시예 5	89미량	양호	양호	양호
비교예 1	6.7	양호	무	불량
비교예 2	12.7	미약	무	불량

발명의 효과]

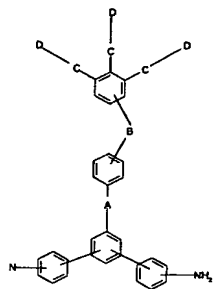
본 발명에 의해 액정 배향성이 우수하고 높은 선경사각의 조절이 용이하며 세
공정에 내성이 우수한 액정 배향제를 제공할 수 있다.

특허청구범위]

청구항 1]

하기 화학식 1로 표시되는 다이민 화합물,

화학식 1]



상기 식에서 A는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH- 또는 -OCO-이고,

B는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

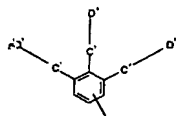
C는 단일결합, -O-, -COO-, -CONH- 또는 -OCO-이고,

D는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기, 또

하기 화학식 2로 표시되는 작용기로서, 상기 D에는 1 이상의 할로겐 원자가 치환
수 있다.

화학식 2]

7.

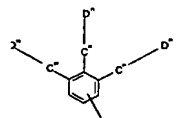


상기 식에서 C'는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

D'는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기,

는 하기 화학식 3으로 표시되는 작용기이다.

화학식 3)

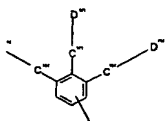


상기 식에서 C''는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

D''는 각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 가지형 또는 고리형 알킬기,

는 하기 화학식 4으로 표시되는 작용기이다.

화학식 4)



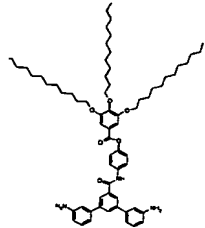
상기 식에서 C'''는 -O-, -COO-, -CONH-, 또는 -OCO-이며,

각각 독립적으로 탄소수 1 내지 20의 선형, 또는 고리형 알킬기이다.

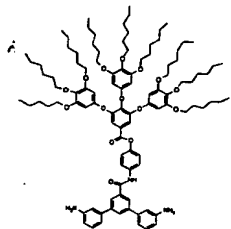
구항 2]

제 1항에 있어서, 상기 디아민 화합물이 하기 화학식 5 또는 6으로 표시되는 물
인 것을 특징으로 하는 디아민 화합물.

화학식 5]



화학식 6]



청구항 3]

상기 청구범위 제1항의 디아민 화합물, 지방족 고리형 산이무수물 및 방향족 고리형 산이무수물과 여기에 방향족 고리형 디아민 및/또는 실록산계 디아민을 선택적으로 포함시켜 공중합하여 제조된 폴리아믹산.

청구항 4]

제 3항에 있어서, 상기 폴리아믹산에 포함된 전체 디아민 단량체 중 상기 화학식 1로 표시되는 디아민 화합물의 함량이 0.1~100 몰%이고, 방향족 고리형 디아민 실록산계 디아민의 함량이 0~99.9 몰%인 것을 특징으로 하는 폴리아믹산.

청구항 5]

제 3항에 있어서, 상기 폴리아믹산에 포함된 전체 산이무수물 단량체 중 방향족 고리형 산이무수물의 함량이 10~95 몰%이고, 지방족 고리형 산이무수물의 함량이 5

90을 1인 것을 특징으로 하는 폴리아믹산.

3구항 6]

제 3항에 있어서, 평균 분자량이 10,000~500,000g/mol인 것을 특징으로 하는 폴리아믹산.

3구항 7]

제 3항의 폴리아믹산을 부분 또는 전체적으로 이미드화시켜 얻어진 가용성 폴리미드.

3구항 8]

제 3항의 폴리아믹산 및 제 7항의 가용성 폴리미드의 혼합물.

3구항 9]

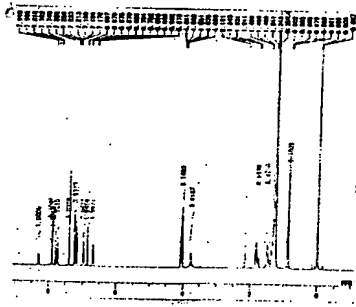
제 3항의 폴리아믹산, 제 7항의 가용성 폴리미드 또는 제 8항의 혼합물을 용에 용해시켜 코팅하고, 이를 전체 또는 부분적으로 이미드화시켜 얻어진 액정 배향.

부구항 10]

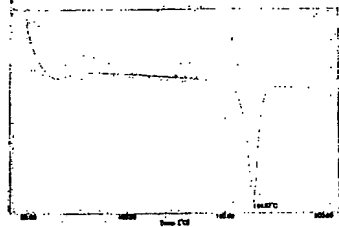
제 9항의 액정 배향막을 포함하는 액정 표시 소자.

【도면】

도 1]



도 2]



Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/KR04/002578

International filing date: 08 October 2004 (08.10.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: KR
Number: 10-2003-0070378
Filing date: 09 October 2003 (09.10.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 21 October 2004 (21.10.2004)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse